

**РУКОВОДСТВО:
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРА И ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ
(ВЕРСЕНАТНЫЙ МЕТОД)
Каталоговый № 144-70**

ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

КОЛИЧЕСТВО	ОПИСАНИЕ	КАТ. №
1	Чашка для титрования, полиэтилен	153-26
2	Мешалка, полиэтилен	153-28
2	1-мл пипетка	153-34
2	10-мл пипетка	153-40
1	Р-р версената для титр. жесткости (1 мл = 2 экв промилле), 16 ж. унций	205-00
1	Р-р версената для индикации жесткости, 2 ж. унции	205-02
1	Буферный р-р, 2 ж. унции	205-04
1	Р-р версената для титр. жесткости (1 мл = 20 экв промилле), 8 ж. унций	205-10
1	Дистиллированная вода, 16 ж. унций	206-02
1	Р-р хромата калия (индикатор), 4 ж. унций	215-00
1	Р-р фенолфталеина (индикатор), 8 ж. унций	220-00
	N/50 серная кислота, 4 ж. унции	203-17
1	0.0282N р-р нитрата серебра, 8 ж. унций	265-00
1	0.282N р-р нитрата серебра, 8 ж. унций	265-06

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИД-ИОНОВ

For more information, please contact us:

[ExpotechUSA](#)
[10700 Rockley Road](#)
[Houston, Texas 77099](#)
[USA](#)

[281-496-0900 \[voice\]](#)

[281-496-0400 \[fax\]](#)

E-mail: sales@expotechusa.com

Website: www.ExpotechUSA.com

Этот анализ позволяет определить концентрацию ионов хлора, растворенных в фильтрате бурового раствора. Ионы хлора попадают в раствор в результате диссоциации хлорида натрия, хлорида кальция или хлорида калия. Кроме того, для получения правильных результатов титрования фильтрат должен быть слабо щелочным (pH 8,3), чтобы обеспечить условия для протекания первой из двух реакций, имеющих место во время титрования:

1. $\text{Ag}(+) + \text{Cl} \rightarrow \text{AgCl}$
2. $2\text{Ag}(+) + \text{CrO}_4 \rightarrow \text{Ag}_2\text{CrO}_4$

Первая реакция (образование хлористого серебра) ведет к появлению белых хлопьев или молочно-белому помутнению раствора. Образование красного хромата серебра начинается лишь тогда, когда все имеющиеся в испытуемом растворе хлорид-ионы будут связаны в хлорид серебра. После этого нитрат серебра вступает в реакцию с хроматом калия из индикаторного раствора, образуя хромат серебра. Таким образом, для того, чтобы две вышеупомянутых реакции происходили, фильтрат должен быть слабо щелочным (pH 8,3). Более высокое значение pH приводит к осаждению оксида серебра.

Порядок действий

1. Отмерьте пипеткой 1,0 мл фильтрата или пробы в чашку для титрования.
2. Добавьте к фильтрату 2-3 капли фенолфталеинового индикатора.
3. При появлении розового цвета, титруйте 0,02N серной кислотой до тех пор, пока розовая окраска не исчезнет. Если розовое окрашивание больше не появляется, анализ можно продолжить.
4. Если необходимо, добавьте 25-50 мл дистиллированной воды. Это делается для того, чтобы разбавить слишком густой цвет фильтрата. При отсутствии хлоридов в дистиллированной воде, разбавление не повлияет на результаты анализа. При использовании недистиллированной воды, содержащиеся в ней хлориды должны быть оттитрованы перед добавлением к фильтрату.
5. Добавьте к фильтрату 10-15 капель хромат-калиевого индикатора, чтобы придать ему ярко-желтый цвет.
6. Добавляйте из пипетки по капле раствор нитрата серебра, постоянно перемешивая мешалкой, пока цвет пробы не изменится из желтого на оранжево-красный.

РАСЧЕТЫ

1. Миллионная доля (промилле) хлорида = количество миллилитров добавленного раствора нитрата серебра \times 1000

- (В случае 0,0282N раствора нитрата серебра, 1 мл = 1000 промилле Cl)
2. Миллионная доля (промилле) хлорида = количество миллилитров использованного нитрата серебра \times 10,000 (В случае 0,28N раствора нитрата серебра , 1 мл = 10,000 промилле Cl)
 3. промилле NaCl = промилле хлорида \times 1,65

ПРИМЕЧАНИЯ:

1. Определение хлорида можно проводить на тех же образцах, что были использованы для определения Pf, если анализ на Mf не проводился (см. ниже).
2. Избегайте контакта с нитратом серебра. Если нитрат серебра попадет на кожу или одежду, немедленно промойте эти места водой.
3. Конечной точкой реакции является тот момент, когда начинается образование хромата серебра (красноватый цвет). При использовании слабого раствора нитрата серебра, конечная точка титрования достигается довольно медленно. Поэтому образование нитрата серебра может быть надежно определено по изменению цвета: от желтого до оранжево-красного. Если используется сильный раствор нитрата серебра, то конечная точка титрования достигается намного быстрее, так что начало образования хромата серебра и появление его оранжево-красного цвета можно пропустить из-за больших количеств добавляемого нитрата серебра. Изменение цвета будет происходить от желтого к красному, поэтому при появлении последнего титрование прекращают.
4. Титрование растворов с высокой концентрацией хлористого серебра сопровождается образованием белых хлопьев, что не означает достижения конечной точки титрования.
5. Если концентрация ионов хлора меньше 10 000 промилле, должен применяться слабый раствор нитрата серебра. В противном случае следует использовать концентрированный раствор нитрат серебра.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ (КАЛЬЦИЕВОЙ и МАГНИЕВОЙ)

В результате анализа определяется содержание растворимого магния и кальция в фильтрате раствора. Суммарный результат называется общей жесткостью. Концентрация иона кальция может быть определена отдельно и когда она вычитается из общей жесткости, это дает концентрацию иона магния. Чтобы выполнить этот анализ, нужна другая комбинация буферного и индикаторного раствора (не предусмотренная в данном наборе). В данном случае в качестве буфера нужно использовать раствор кат. № 205-14, а в качестве индикатора – порошок кат. № 210-00.

Порядок действий

1. Добавьте 50 мл дистиллированной воды в чашку для титрования. Добавьте 20-40 капель (2-4 мл) буферного раствора и 10-15 капель (0,55-0,75 мл) раствора индикатора. Изменение окраски от темно-красной до пурпурной будет означать, что дистиллированная вода имеет жесткость. Добавляйте по капле (при помешивании) титровальный раствор до тех пор, пока вода не приобретет ярко-синий цвет.
2. Отмерьте пипеткой 1 мл фильтрата в чашку титрования и размешайте. При наличии в фильтрате ионов кальция и/или магния окраска раствора снова будет изменяться от темно-красной до пурпурной.
3. Затем (при постоянном перемешивании) добавляйте раствор для титрования общей жесткости до появления синей окраски.

РАСЧЕТЫ:

Полная (общая) жесткость рассчитывается как:

1. Кол-во экв. кальция и магния промилле = 2 × кол-во мл добавленного титровального раствора версената, когда 1 мл = 2 экв промилле.
2. Кол-во экв. кальция и магния промилле = 20 × кол-во мл добавленного титровального раствора версената, когда 1 мл = 20 экв промилле.
3. Обычно содержание иона магния пренебрежимо мало, поэтому общая жесткость воды практически определяется только ионами кальция.

Таким образом,

промилле кальция = общая жесткость в экв промилле × 20

ПРИМЕЧАНИЯ

1. Если фильтрат бурового раствора сильно окрашен, можно использовать образцы объемом 0,5 мл (вместо 1,0 мл). Общая жесткость определяется как и прежде, но результаты должны быть удвоены.
2. В результате данного анализ фактически одновременно определяется содержание ионов различных металлов: кальция, магния, свинца, железа, алюминия, цинка и марганца. Так как содержание ионов этих металлов обычно незначительно, общая жесткость воды определяется ионами кальция и/или магния.
3. Необходимо использовать не менее 25 мл дистиллированной воды. Кроме того, буфер смешивают с водой до того, как добавляют индикатор.

4. Перед добавлением фильтрата, цвет воды с добавленными буфером и индикатором должен быть голубым. В противном случае необходимо добавлять титровальный раствор до появления голубой окраски.
5. При обнулении дистиллированной воды, очень важно добавлять титровальный раствор только до того момента, когда вода станет голубой. Любое избыточное количество этого раствора повлияет на конечный результат.